

Contenido

- 1 Concepto
 - ¿Qué es?
 - Características
 - Contenido
- 2 Construcción
 - ¿Cómo se hace?
 - Ejemplos
- 3 Utilidad
 - Plan general - Lista de actividades
 - Recursos - presupuesto
 - Tiempo - cronograma
- 4 Fuentes de información
 - Métodos
 - Laboratorios
- 5 Comentario final

¿Qué es la metodología?

Además de tener una idea clara, y unos objetivos concisos, la propuesta debe contar con dos características: **confiabilidad y credibilidad**.

La metodología refleja si hay claridad en lo que se pretende hacer. Es la relación entre el problema, el marco teórico y los objetivos específicos.

Responde al “cómo” del trabajo, mencionando y/o describiendo los **métodos y técnicas** que se usarán para cumplir con los objetivos.

Características

- **Claridad:** Debe entenderse (los antecedentes ayudan) lo que se quiere hacer, y debe seguir un orden lógico.
- **Flexibilidad:** Es posible que por disponibilidad de recursos o por mejora en las técnicas sea necesario cambiar la forma de ejecutar algunas tareas.
- **Precisión:** Para permitir obtener datos confiables y reproducibles.

¿Qué debe contener?

- La sucesión lógica de los pasos a seguir.
- Las fuentes de donde se obtienen los procedimientos (normas, artículos, métodos empresariales, patentes, etc.)
- La forma en que se procesarán los datos (software, cálculos, ecuaciones)
- Los equipos que se utilizarán y las herramientas necesarias.
- La calidad de las sustancias a utilizar.
- La calibración de equipos y herramientas si es necesario.
- En caso de trabajo experimental, de preferencia los protocolos de seguridad.

Sugerencias para construir la metodología

Se recomienda tomar cada objetivo específico y desagregarlo en un grupo de actividades concretas que deben tener una estructura jerárquica como tareas y subtareas. Para esto debe preguntarse:

¿cómo logro este objetivo?

Para hacer mas entendible la progresión de eventos se recomienda realizar un diagrama de flujo (no necesariamente debe quedar en el documento de propuesta).

Durante la construcción, para cada tarea y subtarea debe preguntarse: ¿cuáles son las técnicas y/o instrumentos necesarios?, ¿qué procedimientos de análisis e interpretación debo usar?, ¿debo seguir un diseño de experimentos?, ¿cuál?...

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Objetivo específico: Determinar la influencia de las cuatro variables en la reacción de producción del éster surfactente.

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Objetivo específico: Determinar la influencia de las cuatro variables en la reacción de producción del éster surfactente.

Previamente, como resultado de otro objetivo se han definido las variables, sus intervalos de cambio y las respuestas.

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Objetivo específico: Determinar la influencia de las cuatro variables en la reacción de producción del éster surfactente.

Previamente, como resultado de otro objetivo se han definido las variables, sus intervalos de cambio y las respuestas.

¿Cómo logro este objetivo?

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Objetivo específico: Determinar la influencia de las cuatro variables en la reacción de producción del éster surfactente.

Previamente, como resultado de otro objetivo se han definido las variables, sus intervalos de cambio y las respuestas.

¿Cómo logro este objetivo?

Con una ecuación o análisis estadístico que me permita concluir la influencia de cada variable.

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Objetivo específico: Determinar la influencia de las cuatro variables en la reacción de producción del éster surfactente.

Previamente, como resultado de otro objetivo se han definido las variables, sus intervalos de cambio y las respuestas.

¿Cómo logro este objetivo?

Con una ecuación o análisis estadístico que me permita concluir la influencia de cada variable.

¿Cómo obtengo esa ecuación o análisis?

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Objetivo específico: Determinar la influencia de las cuatro variables en la reacción de producción del éster surfactente.

Previamente, como resultado de otro objetivo se han definido las variables, sus intervalos de cambio y las respuestas.

¿Cómo logro este objetivo?

Con una ecuación o análisis estadístico que me permita concluir la influencia de cada variable.

¿Cómo obtengo esa ecuación o análisis?

A partir de datos experimentales.

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Es absolutamente claro que necesito hacer experimentación.

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Es absolutamente claro que necesito hacer experimentación.

¿Necesito un diseño de experimentos? → ¿Cuál? → ¿Usaré un software o construiré el diseño con base en la literatura?

Ejemplo: Obtención de ésteres grasos

Es absolutamente claro que necesito hacer experimentación.

¿Necesito un diseño de experimentos? → ¿Cuál? → ¿Usaré un software o construiré el diseño con base en la literatura?

Respecto a la parte experimental... continúan las preguntas...

Ejemplo: ¿Cómo?

¿Cómo realizo las reacciones?

- Condiciones previas → ¿cómo se hace el pretratamiento?
- Condiciones de reacción → ¿cómo las alcanzo?, ¿cómo se mantienen?
- Catalizadores → ¿cómo obtenerlos?
- Materias primas → ¿cómo obtenerlas?
- Condiciones posteriores → ¿cómo se tratan los desechos?
- Condiciones de análisis → ¿cómo se cuantifican los productos?

Ejemplo: Actividades

- Obtención de una de las materias primas - ésteres metílicos (comprar estearina, comprar metanol, comprar NaOH)
 - ¿cómo se hace? (reactores, embudos, pasos)
- Obtención del precursores para el catalizador - acetato de magnesio (comprar ácido acético, comprar carbonato de magnesio)
 - ¿cómo se hace? (hornos, recipientes, pasos)
- Montaje experimental (reactores, calentadores, agitadores, inyección de gas de arrastre, controladores, fluidos de calentamiento)
- Preparar la forma de almacenamiento de materias primas y de residuos
- Obtener los catalizadores (montaje experimental, hornos, muflas, molinos)
- Caracterización de catalizadores (SEM, EDX, BET, acidez, alcalinidad, granulometría)
- Hacer las reacciones
- Cuantificación de productos (cromatografo, vortex, dosificadores, balanzas, viales, gas de fase móvil, gases de análisis)

En negro lo que se debe describir en la metodología, en verde lo que se debe tener en cuenta para pasos posteriores de la propuesta.

Una metodología deficiente:

Se realizará un diseño de experimentos para determinar la influencia de las variables.

Una metodología aceptable:

Se usará un diseño de experimentos de superficies de respuesta, las variables serán la temperatura, el porcentaje de catalizador, la relación molar glicerol/éster y el porcentaje de óxido de magnesio soportado.

Una metodología muy completa:

El diseño de experimentos seleccionado es método de superficies de respuesta, compuesto central rotatable. Las variables seleccionadas con base en la revisión de antecedentes serán: temperatura (180 a 220°C), porcentaje de catalizador (1.25 a 3.75 %), relación molar glicerol/éster (1 a 4) y porcentaje de óxido de magnesio soportado (3 a 9 %). Se estudiará el efecto y la interacción entre las variables seleccionadas sobre tres variables de respuesta: selectividad, conversión y productividad. Los experimentos necesarios se presentan en la tabla 2.

Una metodología deficiente:

La determinación de la composición de las muestras se hará con cromatografía de gases.

Una metodología aceptable:

La determinación de la composición de las muestras se realizará siguiendo el método propuesto por Narváez y colaboradores [70]. Se hará una derivatización de las muestras con un reactivo sililante, piridina y n-hexano. El estandar interno para cuantificación será tricaprina. Se utilizará un cromatógrafo de gases equipado con una columna adecuada para separar la mezcla de glicéridos, utilizando nitrógeno como gas de arrastre y aire sintético seco e hidrógeno para la técnica de cuantificación.

NARVAEZ, Paulo; TORRES, Jesús; SANCHEZ, Francisco y PONCE de LEÓN, Luisa. Determinación por cromatográfica de gases de alquil-ésteres (metílico y etílico) de ácidos grasos, en presencia de mono-, di- y triglicéridos. En: Ingeniería e Investigación. No. 57 (abr. 2005); p.58-62.

Una metodología muy completa:

La determinación de la composición de las muestras se realizará siguiendo el método propuesto por Narváez y colaboradores [70]. Debido a que los mono y diglicéridos poseen tiempos de residencia muy similares a los de los triglicéridos, las muestras deben ser derivatizadas con N,N-bis(trimetilsilil) trifluoroacetamida de Fluka (Saint Gallen, Suiza), para producir derivados que sean más volátiles y así lograr que los MG y DG sean detectables y cuantificables. La reacción de "sililación" se cataliza con piridina de Merck (Darmstad, Alemania) y el solvente para la preparación de muestras es n-hexano grado analítico también de Merck. La cuantificación se realiza utilizando tricaprina grado cromatográfico (Fluka), como estándar interno. La operación se realizará en un cromatógrafo de gases Agilent 6820 (Santa Clara, Estados Unidos), equipado con una columna capilar de sílica fundida HT5 de 12 m. de SGE (Ringwood, Australia). Esta columna está recubierta internamente con una película de fenil-polisiloxano-carburano de 0.15 mm de espesor. La detección se hará con el método FID utilizando como gas de arrastre nitrógeno suministrado por gases de Colombia (Bogotá), con un caudal de 8 ml/min. Para la operación del detector se utiliza aire sintético seco (400 ml/min) e hidrógeno (30 ml/min) también de Gases industriales de Colombia. El flujo en el split se calibra a 8 ml/min. La determinación de las áreas de pico se llevará a cabo con el software Cerity de Agilent.

Una metodología deficiente:

Los catalizadores se prepararán con el método de impregnación utilizando metanol como solvente.

Una metodología aceptable:

Para la preparación de los catalizadores se usará el método de descrito por Barrault y colaboradores [7] y David y colaboradores [32]. Se realiza una mezcla con la solución de acetato de magnesio, metanol y zeolita, y el producto se mantiene bajo mezcla durante dos horas para asegurar una distribución uniforme del acetato. Luego se realiza una evaporación lenta de los solventes y el producto se calcina utilizando una rampa de calentamiento. Para los casos en que el óxido de magnesio se usa como blanco, se usa el mismo método.

BANCQUART; VANHOVE; POUILLOUX y BARRAULT. Glycerol transesterification with methyl stearate over solid basic catalysts I. Relationship between activity and basicity. En: Applied Catalysis A: General. Vol 218 (2001); p. 1-11.

DAVID; STANCIU; STEFANESCU y NICOLAE. Microestructure and properties of the sintered composites from zeolite 4A and magnesium oxide. En: Journal of material processing technology. Vol. 119 (2001); p. 288-292.

Una metodología muy completa:

Para la preparación de los catalizadores se usará el método de impregnación utilizando como precursor acetato de magnesio grado técnico suministrado por Merck (Darmstad, Alemania) siguiendo el método descrito por Barrault y colaboradores [7] y David y colaboradores [32]. Se realiza en un beaker de 500 ml una mezcla de la solución de acetato con metanol grado técnico (Merck) y con zeolita en proporciones 6:88:6 w/w aproximadamente, ajustando las cantidades a la proporción de óxido que se espera soportar en la matriz. La mezcla se somete a agitación a 500 rpm durante dos horas para asegurar una distribución uniforme del acetato. Luego se realiza una evaporación lenta de los solventes, primero a 65°C para retirar el metanol y luego a 104°C para retirar el agua. El producto se calcina a 450°C durante 16 horas utilizando una rampa de calentamiento de 1°C/min. Para los casos en que el óxido de magnesio se usa como blanco, se prepara de la misma manera, sin agregar soporte a la mezcla inicial.

Plan general

La metodología una vez construida permite tener una claridad de los pasos a seguir y de los recursos a conseguir para el desarrollo del proyecto.

Como ya se han desglosado los objetivos, se puede construir la lista de [actividades](#). Con base en esta se puede construir la [tabla de contenido tentativa](#)

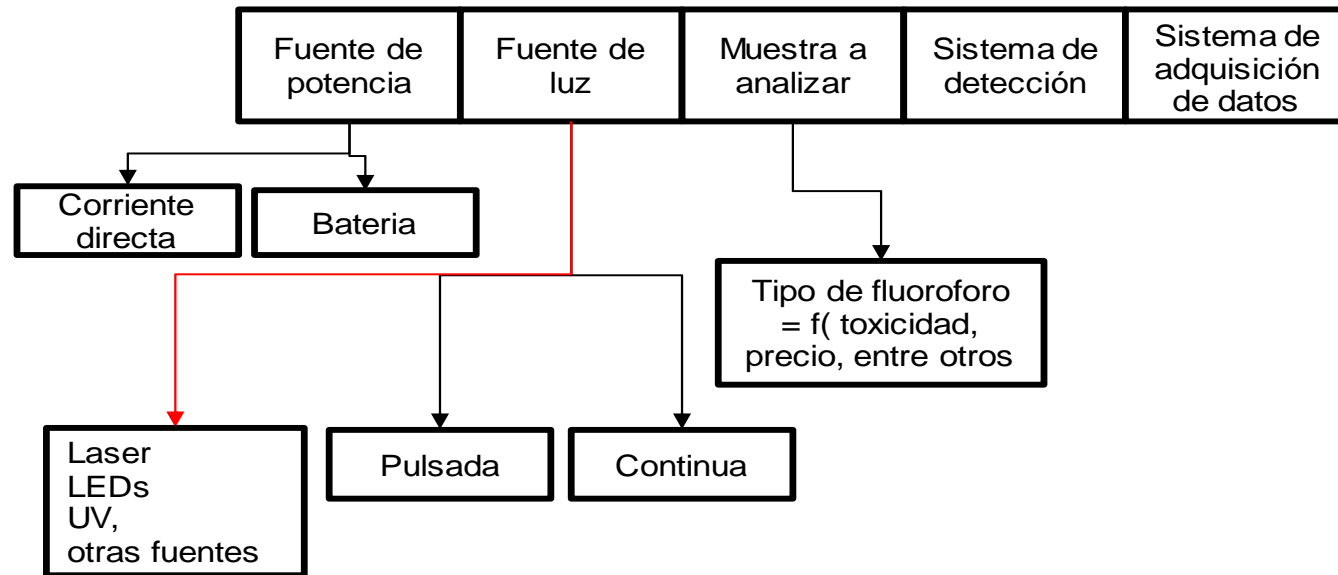
Plan general

La metodología una vez construida permite tener una claridad de los pasos a seguir y de los recursos a conseguir para el desarrollo del proyecto.

Como ya se han desglosado los objetivos, se puede construir la lista de **actividades**. Con base en esta se puede construir la **tabla de contenido tentativa**

Pero en todo proyecto de investigación, hay que revisar los recursos, su cantidad y disponibilidad.

Desarrollo de una técnica para detección de HC en H₂O



Fuentes de métodos y metodologías

Normas y procedimientos:

ASTM (www.astm.org), normas técnicas colombianas (www.icontec.org.co), API (www.techstreet.com/apigate.html), Association française de normalisation (<http://www.afnor.org>), DIN Deutsches Institut für Normung (<http://www.din.de>), www.standardmethods.org, y otros alrededor del mundo (<http://www.worldwidestandards.com>)

Seguridad:

www.msds.com, www.fichasdeseguridad.com

Metodologías:

Trabajos de grado, tesis de maestría y de doctorado, proyectos de investigación, artículos de revistas científicas, patentes (patft.uspto.gov, espacenet)

Laboratorios que pueden prestar sus servicios a la academia

Institutos del gobierno:

Invima, INS, CAR, IDEAM, DAMA.

Institutos de investigación por áreas:

Corpoica tecnología agropecuaria, ICP hidrocarburos, Cenipalma palma de aciete,
Cenicaña caña de azúcar, Cebipapa papa, Cidet energía, Cidbio biotecnología, Cioh
hidrografía, Conif forestal, Ceniagua acuicultura, Cenicafe café, Cipav sostenibilidad
agropecuaria, Sinchi investigaciones amazónicas, Cenibanano banano, Ceniflores floricultura.

Universidades:

U. de la Salle, U. Santo Tomás, U. libre, U. de los Andes, U.
Distrital, U. Nacional, ECCI, UNAD.

No olvide...

Una buena revisión de antecedentes facilita la construcción de la metodología.

A mayor profundidad en la metodología, el trabajo se desarrollará con más agilidad, por el contrario, una metodología con baja profundidad lleva a usar mucho tiempo en “descubrir” como se hacen las cosas.

Una metodología detallada es la base de lo que en el futuro documento de trabajo de grado será la sección de “metodología” o de “materiales y métodos”.

Preguntas...